

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 11071184
PUBLICATION DATE : 16-03-99

APPLICATION DATE : 22-08-97
APPLICATION NUMBER : 09242077

APPLICANT : TOSHIBA CERAMICS CO LTD;

INVENTOR : FUJITA MITSUHIRO;

INT.CL. : C04B 37/00 C04B 35/581

TITLE : BINDER FOR ALN SINTERED PRODUCT, ITS PRODUCTION AND BINDING OF ALN SINTERED PRODUCT THEREWITH

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a binder for AlN sintered products, capable of highly enhancing the air tightness and binding strength of a bound portion by mixing YAG powder with AlN powder, calcining the mixture and subsequently crushing the calcination product into particles having particle diameters of a specific value or less.

SOLUTION: This binder for AlN sintered products is obtained by mixing 100 pts.wt. of YAG ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) powder having an average particle diameter of $\leq 50 \mu\text{m}$ with 30-150 pts.wt. of AlN(aluminum nitride) powder in a solvent, drying the mixture, granulating the dried mixture, calcining the granules at a temperature of 1,500-1,850°C in the atmosphere of nitrogen gas and subsequently crushing the calcined granules into particles having particle diameters of $\leq 100 \mu\text{m}$. The AlN sintered products are bound to each other by kneading the binder in an organic solvent, coating the obtained paste on the binding portions of the AlN sintered products, or forming the binder into a sheet-like product, disposing the sheet-like product on the binding portions of the AlN sintered products, and subsequently thermally treating the superposed AlN sintered products at a temperature exceeding 1,850°C in the atmosphere of nitrogen gas. The binding of the AlN sintered products with the binder gives a volume contraction coefficient of $\leq 10\%$ on the sintering, a porosity of $\leq 5\%$ in the bound portion, and a binding strength of $\geq 50 \text{ Mpa}$.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-71184

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月16日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

C 0 4 B 37/00
35/581

C 0 4 B 37/00
35/58

A
1 0 4 Y

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平9-242077

(22) 出願日 平成9年(1997) 8月22日

(71) 出願人 000221122

東芝セラミックス株式会社
東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72) 発明者 佐野 幸司

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミッ
クス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 青沼 伸一郎

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミッ
クス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 村松 滋子

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミッ
クス株式会社開発研究所内

(74) 代理人 弁理士 高 雄次郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 A I N焼結体用接合剤、その製造方法及びそれを用いたA I N焼結体の接合方法

(57) 【要約】

【課題】 接合部の気密性と接合強度を大幅に高め得る
A I N焼結体用接合剤を提供する。

【解決手段】 Y A G粉末又はY A G組成となるY₂ O₃
とA l₂ O₃の混合粉末100重量部とA I N粉末3
0～150重量部とを混合・仮焼・粉砕した粒子径10
0μm以下の粉粒体からなる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 YAG粉末又はYAG組成となる Y_2O_3 と Al_2O_3 の混合粉末100重量部とAlN粉末30～150重量部とを混合・仮焼・粉砕した粒子径100 μm 以下の粉粒体からなることを特徴とするAlN焼結体用接合剤。

【請求項2】 YAG粉末又はYAG組成となる Y_2O_3 と Al_2O_3 の混合粉末100重量部とAlN粉末30～150重量部とに溶媒を加え混合・乾燥造粒し、これを窒素ガス雰囲気中において1500～1850℃の温度で仮焼した後、粒子径100 μm 以下に粉砕することを特徴とするAlN焼結体用接合剤の製造方法。

【請求項3】 請求項1記載の接合剤に有機溶剤を添加してペースト状とし、これをAlN焼結体の接合部に塗布し又はこれをシート状に成形してAlN焼結体の接合部間に介装し、窒素ガス雰囲気中において1850℃を超える温度で熱処理することを特徴とするAlN焼結体の接合方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、AlN（窒化アルミニウム）焼結体同士の接合に使用するAlN焼結体用接合剤、その製造方法及びそれを用いたAlN焼結体の接合方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、半導体製造装置であるエッチャーやCVD装置においては、ウエハを保持するサセプターやクランプリング等を、高熱伝導性及び高温での剛性又は急速昇降温度に対する耐熱衝撃性を高めるため、AlN焼結体によって形成することが行われている。従来、上記サセプターやクランプリングを作製するため、AlN焼結体製の複雑な形状の部品を接合する接合剤としては、 Y_2O_3 （イットリア）等の焼結助剤を用いて焼成されるAlN焼結体の粒界相成分と同一成分又はこれと低融点化添加物からなる粉末が知られている。この接合剤は、ペースト状としてAlN焼結体の接合部に塗布し、AlN焼結体の焼成温度と同程度又はそれ以下で、かつその焼成雰囲気と同様の雰囲気中で熱処理してAlN焼結体同士の接合に使用されるものである。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来のAlN焼結体用接合剤では、その焼結収縮によりAlN焼結体と寸法差を生じ、AlN焼結体の接合部に隙間を生じるので、接合部の気密性及び接合強度が低下する不具合がある。そこで、本発明は、接合部の気密性と接合強度を大幅に高め得るAlN焼結体用接合剤、その製造方法及びそれを用いたAlN焼結体の接合方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するた

め、本発明のAlN焼結体用接合剤は、YAG粉末又はYAG組成となる Y_2O_3 と Al_2O_3 の混合粉末100重量部とAlN粉末30～150重量部とを混合・仮焼・粉砕した粒子径100 μm 以下の粉粒体からなることを特徴とする。又、AlN焼結体用接合剤の製造方法は、YAG粉末又はYAG組成となる Y_2O_3 と Al_2O_3 の混合粉末100重量部とAlN粉末30～150重量部とに溶媒を加え混合・乾燥造粒し、これを窒素ガス雰囲気中において1500～1850℃の温度で仮焼した後、粒子径100 μm 以下に粉砕することを特徴とする。更に、AlN焼結体の接合方法は、前記AlN焼結体用接合剤に有機溶剤を添加してペースト状とし、これをAlN焼結体の接合部に塗布し又はこれをシート状に成形してAlN焼結体の接合部間に介装し、窒素ガス雰囲気中において1850℃を超える温度で熱処理することを特徴とする。

【0005】AlN焼結体用接合剤において、YAG（ $Y_3Al_5O_{12}$ ）粉末又はYAG組成となる Y_2O_3 と Al_2O_3 の混合粉末100重量部に対し、AlN粉末が30重量部未満であると、焼結による体積収縮率が10%を超え、接合部に隙間が生じたり、又、AlN焼結体接合体の寸法制御（焼結後の接合剤部の肉厚寸法制御）が困難となる。一方、150重量部を超えると、焼結後の接合剤部の気孔率が5%を超え、開気孔を生じて気密性が劣り、かつ接合強度も十分なものとならない。AlN粉末のより好ましい添加量は、YAG粉末又はYAG組成となる Y_2O_3 と Al_2O_3 の混合粉末100重量部に対し80～100重量部である。又、YAG粉末又はYAG組成となる Y_2O_3 と Al_2O_3 の混合粉末とAlN粉末とを順次混合・仮焼・粉砕したものであることが重要であり、特に、接合剤の焼結収縮量を制御する上で、仮焼処理が不可欠なものである。更に、粉粒体の粒子径が100 μm を超えると、接合剤部の気密性が低下し、接合強度も低下すると共に、その塗布性が悪くなる。より好ましい粒子径は、10 μm 以下である。なお、上記AlN焼結体用接合剤によれば、焼結時の体積収縮率10%以下、焼結後の該接合剤部の気孔率5%以下、及び接合強度50MPa以上となる。一方、YAG粉末又はYAG組成となる Y_2O_3 と Al_2O_3 の混合粉末の粒子径は、平均粒径で50 μm 以下であることが好ましい。平均粒径が50 μm を超えると、スラリー調製が困難となる。より好ましい平均粒径は、1 μm である。又、AlN粉末の粒子径は、平均粒径で10 μm 以下であることが好ましい。平均粒径が10 μm を超えると、同様にスラリー調製が困難となる。より好ましい平均粒径は、1 μm である。

【0006】AlN焼結体用接合剤の製造において、仮焼温度が、1500℃未満であると体積収縮率が10%を超え、1850℃を超えると、接合時の熱処理温度と同等となり、接合時に熱応力が実質的に生じることがな

いため、接合強度が50MPa未満となり、実使用に耐えられない。好ましい仮焼温度は、1800～1850℃である。

【0007】AIN焼結体用接合剤を用いたAIN焼結体の接合において、接合剤に添加する有機溶剤としては、ブチルカルビトール、熱可塑性セルロースエーテル及びフタル酸ジブチル等が用いられる。又、接合熱処理条件については、熱処理温度が、1850℃以下であると、基材焼結温度より低いため、接合時の物質拡散がでず、接合強度が50MPa未満となる。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について具体的な実施例及び比較例を参照して説明する。

実施例1～4、比較例1～8

先ず、YAG粉末（高純度化学製、アルミン酸イットリウム、平均粒径50 μ m）100重量部に対し、AIN粉末（三井東圧化学製、品名MAN-2、平均粒径1 μ m）又はY₂O₃とAl₂O₃（アルミナ）をYAG組成の重量比で混合した混合粉末（表1においてはYO+AOと記す。）を表1に示す割合でそれぞれ添加し、混合器（4リットルマロン樹脂ボット、直径5mmのAINボール250g使用）を用いて混合すると共に、これ

に溶媒（メタノール1級）を添加（AIN原料500gに対して450cc添加）し、130rpmの回転台で15時間かけて混合してスラリーを調製した。次に、各スラリーを乾燥装置（エバポレーター（減圧加熱乾燥装置））を用いて造粒した後、篩い分けして粒径100 μ m以下の造粒粉を得た。次いで、各造粒粉（比較例1、4、8を除く）をAIN製の蓋付き匣鉢に收容し、大気圧の窒素ガス雰囲気中においてそれぞれ仮焼した。仮焼時の最高温度は、後述する接合温度未満であり、接合温度が1900℃の場合の加熱条件は、下記の通りである。

室温～1100℃：550℃/h

1100～1500℃：400℃/h

1500～1850℃：200℃

1850℃×3h

1850～1500℃：100℃/h

次に、各仮焼体を粉砕器（AIN製乳鉢、AIN製乳棒）を用いて粉砕した後、篩い分けして粒径50 μ m以下の粉粒体の接合剤を得た。

【0009】

【表1】

	YAG 100重量部 に対する添加剤 (重量部)	仮焼温度 (℃)	接合温度 (℃)
比較例1	なし	仮焼なし	1900
比較例2	AIN 180	1850	1900
実施例1	AIN 150	1850	1900
実施例2	AIN 100	1850	1900
実施例3	AIN 150	1850	1900
実施例4	AIN 80	1850	1900
比較例3	AIN 25	1850	1900
比較例4	AIN 100	仮焼なし	1900
比較例5	AIN 100	1600	1900
比較例6	AIN 100	1850	1900
比較例7	AIN 100	1900	1900
比較例8	YO+AO	仮焼なし	1900

【0010】上記各接合剤に有機溶剤（溶媒1：ブチルカルビトール、溶媒2：熱可塑性セルロースエーテル、溶媒3：フタル酸ジブチル）を添加（接合剤100gに対し、溶媒1：45.5cc、溶媒2：4.5cc、溶媒3：4.0ccを添加）し、混合器（AIN製乳鉢、AIN製乳棒）を用いてペースト状とした。次に、各ペースト状の接合剤を被接合体としてのAIN焼結体板にスクリーン印刷機で塗布（接合剤の厚みは、印刷回数で設定）し、2枚のAIN焼結体板を重ね合わせた後、各

積層体を大気圧の窒素ガス雰囲気中において加熱（昇降温度100℃/h、最高温度600℃×1h）して脱脂した。次いで、脱脂処理と同様の雰囲気中において熱処理し、接合剤を焼成して各積層体を接合した。熱処理の加熱条件は、下記の通りである。

室温～1100℃：550℃/h

1100～1500℃：400℃/h

1500～1900℃：200℃/h

1900℃×3h

1900～1500℃:100℃ h
熱処理後の各積層体の接合部の体積収縮率、気孔率及び
接合強度等は、表2に示すようになった。

【0011】
【表2】

	体積収縮率 (%)	気孔率 (%)	接合強度 (MPa)	備 考
比較例1	95	0	250	変形大
比較例2	20	10	100	気密性低い
実施例1	5	1	150	使用可
実施例2	5	0	170	使用可
実施例3	5	0	200	使用可
実施例4	5	0	200	使用可
比較例3	50	10	220	気密性低い、変形大
比較例4	50	50	100	気密性低い、変形大
比較例5	40	40	50	気密性低い、変形大
比較例6	0	30	0	接合しない
比較例7	0	30	0	接合しない
比較例8	80	50	0	接合しない

備 考

収縮率：ペーストによる成形体を作成し、接合温度での線収縮を測定。

気孔率：上記焼結体の気孔率を測定。

強 度：JIS曲げ試片を作成し、4点曲げ試験により強度を測定。

【0012】表1、表2から、YAG100重量部に対しAlN30～150重量部含む粉末を混合・仮焼・粉砕して粒子径100 μ m以下の粉粒体とすることにより、焼結時の体積収縮率10%以下、気孔率5%以下及び接合強度100～200MPaとなるので、AlN焼結体同士の接合を良好に行えることがわかる。

【0013】なお、上述した実施の形態においては、AlN焼結体同士の接合に際し、ペースト状の接合剤を接合部に塗布する場合について説明したが、これに限定されるものではなく、例えばペースト状の接合剤をシート

状に成形し、これをAlN焼結体の接合部間に介装するようにしてもよく、同様の作用効果が得られる。

【0014】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のAlN焼結体用接合剤、その製造方法及びそれを用いたAlN焼結体の接合方法によれば、接合剤が予め体積収縮されているので、AlN焼結体の接合部に隙間を生じることなく、接合部の気密性と接合強度を大幅に高めることができる。

【手続補正書】

【提出日】平成9年11月21日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 YAG粉末100重量部とAlN粉末30～150重量部とを混合・仮焼・粉砕した粒子径100 μ m以下の粉粒体からなることを特徴とするAlN焼

結体用接合剤。

【請求項2】 YAG粉末100重量部とAlN粉末30～150重量部とに溶媒を加え混合・乾燥造粒し、これを窒素ガス雰囲気中において1500～1850℃の温度で仮焼した後、粒子径100 μ m以下に粉砕することを特徴とするAlN焼結体用接合剤の製造方法。

【請求項3】 請求項1記載の接合剤に有機溶剤を添加してペースト状とし、これをAlN焼結体の接合部に塗布し又はこれをシート状に成形してAlN焼結体の接合部間に介装し、窒素ガス雰囲気中において1850℃を超

える温度で熱処理することを特徴とするA1N焼結体の接合方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するため、本発明のA1N焼結体用接合剤は、YAG粉末100重量部とA1N粉末30～150重量部とを混合・仮焼・粉碎した粒子径100 μ m以下の粉粒体からなることを特徴とする。又、A1N焼結体用接合剤の製造方法は、YAG粉末100重量部とA1N粉末30～150重量部とに溶媒を加え混合・乾燥造粒し、これを窒素ガス雰囲気中において1500～1850℃の温度で仮焼した後、粒子径100 μ m以下に粉碎することを特徴とする。更に、A1N焼結体の接合方法は、前記A1N焼結体用接合剤に有機溶剤を添加してペースト状とし、これをA1N焼結体の接合部に塗布し又はこれをシート状に成形してA1N焼結体の接合部間に介装し、窒素ガス雰囲気において1850℃を超える温度で熱処理することを特徴とする。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0005

【補正方法】変更

【補正内容】

【0005】A1N焼結体用接合剤において、YAG ($Y_3Al_5O_{12}$) 粉末100重量部に対し、A1N粉末が30重量部未満であると、焼結による体積収縮率が10%を超え、接合部に隙間が生じたり、又、A1N焼結体接合体の寸法制御（焼結後の接合剤部の肉厚寸法制御）が困難となる。一方、150重量部を超えると、焼結後の接合剤部の気孔率が5%を超え、開気孔を生じて気密性が劣り、かつ接合強度も十分なものとならない。A1N粉末のより好ましい添加量は、YAG粉末100重量部に対し80～100重量部である。又、YAG粉末とA1N粉末とを順次混合・仮焼・粉碎したものであることが重要であり、特に、接合剤の焼結収縮量を制御する上で、仮焼処理が不可欠なものである。更に、粉粒体の粒子径が100 μ mを超えると、接合剤部の気密性が低下し、接合強度も低下すると共に、その塗布性が悪くなる。より好ましい粒子径は、10 μ m以下である。なお、上記A1N焼結体用接合剤によれば、焼結時

の体積収縮率10%以下、焼結後の該接合剤部の気孔率5%以下、及び接合強度50MPa以上となる。一方、YAG粉末の粒子径は、平均粒径で50 μ m以下であることが好ましい。平均粒径が50 μ mを超えると、スラリー調製が困難となる。より好ましい平均粒径は、1 μ mである。又、A1N粉末の粒子径は、平均粒径で10 μ m以下であることが好ましい。平均粒径が10 μ mを超えると、同様にスラリー調製が困難となる。より好ましい平均粒径は、1 μ mである。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について具体的な実施例及び比較例を参照して説明する。

実施例1～4、比較例1～8

先ず、YAG粉末（高純度化学製、アルミン酸イットリウム、平均粒径50 μ m）100重量部に対し、A1N粉末（三井東圧化学製、平均粒径1 μ m）又は Y_2O_3 と Al_2O_3 をYAG組成の重量比で混合した混合粉末（比較例8、表1においてはYO+AOと記す。）を表1に示す割合でそれぞれ添加し、混合器（4リットルマロン樹脂ポット、直径5mmのA1Nボール250g使用）を用いて混合すると共に、これに溶媒（メタノール1級）を添加（A1N原料500gに対して450cc添加）し、130rpmの回転台で15時間かけて混合してスラリーを調製した。次に、各スラリーを乾燥装置（エバポレーター（減圧加熱乾燥装置））を用いて造粒した後、篩い分けして粒径100 μ m以下の造粒粉を得た。次いで、各造粒粉（比較例1、4、8を除く）をA1N製の蓋付き匣鉢に收容し、大気圧の窒素ガス雰囲気中においてそれぞれ仮焼した。仮焼時の最高温度は、後述する接合温度未満であり、接合温度が1900℃の場合の加熱条件は、下記の通りである。

室温～1100℃：550℃/h

1100～1500℃：400℃/h

1500～1850℃：200℃

1850℃～3h

1850～1500℃：100℃/h

次に、各仮焼体を粉碎器（A1N製乳鉢、A1N製乳棒）を用いて粉碎した後、篩い分けして粒径50 μ m以下の粉粒体の接合剤を得た。

フロントページの続き

(72)発明者 藤田・光広

神奈川県秦野市曾屋30番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

THIS PAGE PL 1 111 111111

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Y2 O3 used as YAG powder or a YAG presentation aluminum 2O3 Cement for AlN sintered compacts characterized by consisting the mixed powder 100 weight section, and the AlN powder 30 - the 150 weight sections of mixing and temporary quenching, and a ground particulate matter with a particle diameter of 100 micrometers or less.

[Claim 2] Y2 O3 used as YAG powder or a YAG presentation aluminum 2O3 The manufacture approach of the cement for AlN sintered compacts characterized by grinding in particle diameter of 100 micrometers or less after adding a solvent to the mixed powder 100 weight section, and the AlN powder 30 - the 150 weight sections, carrying out mixing / desiccation granulation and carrying out temporary quenching of this at the temperature of 1500-1850 degrees C into nitrogen-gas-atmosphere mind.

[Claim 3] The junction approach of the AlN sintered compact characterized by heat-treating at the temperature which adds an organic solvent to cement according to claim 1, considers as the shape of a paste, and applies this to the joint of an AlN sintered compact, or fabricates this in the shape of a sheet, infixes between the joints of an AlN sintered compact, and exceeds 1850 degrees C in nitrogen-gas-atmosphere mind.

[Translation done.]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the cement for AlN sintered compacts used for junction of AlN (aluminum nitride) sintered compacts, its manufacture approach, and the junction approach of the AlN sintered compact using it.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to raise thermal shock resistance [as opposed to whenever / rigidity / in high temperature conductivity and an elevated temperature /, or rapid rising-and-falling-temperature / for the susceptor holding a wafer, a clamp ring, etc.] in recent years in the etcher and CVD system which are semiconductor fabrication machines and equipment, forming with an AlN sintered compact is performed. In order to produce the above-mentioned susceptor and a clamp ring conventionally, the powder which consists of the same component as the grain boundary phase component of an AlN sintered compact, or this and the low melting point-ized additive calcinated using the sintering acid (yttria) of Y₂O₃ etc. as cement which joins the components of the complicated configuration made from an AlN sintered compact is known. This cement is applied to the joint of an AlN sintered compact as the shape of a paste, and it is less than [it] and it is comparable as the burning temperature of an AlN sintered compact, or a thing which heat-treats in that firing environments and the same ambient atmosphere, and is used for junction of AlN sintered compacts.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, in the conventional cement for AlN sintered compacts, since an AlN sintered compact and variation of tolerance are produced by the sintering contraction and a clearance is produced in the joint of an AlN sintered compact, there is fault to which the airtightness of a joint and bonding strength fall. Then, this invention aims at offering the cement for AlN sintered compacts which can raise the airtightness of a joint, and bonding strength sharply, its manufacture approach, and the junction approach of the AlN sintered compact using it.

[0004]

[Means for Solving the Problem] It is Y₂O₃ from which the cement for AlN sintered compacts of this invention serves as YAG powder or a YAG presentation in order to solve said technical problem. aluminum 2O₃ It is characterized by consisting the mixed powder 100 weight section, and the AlN powder 30 - the 150 weight sections of mixing and temporary quenching, and a ground particulate matter with a particle diameter of 100 micrometers or less. Moreover, the manufacture approach of the cement for AlN sintered compacts be Y₂O₃ used as YAG powder or a YAG presentation. aluminum 2O₃ After add a solvent to the mixed powder 100 weight section, and the AlN powder 30 - the 150 weight sections, carry out mixing / desiccation granulation and carry out temporary quenching of this at the temperature of 1500-1850 degrees C into nitrogen gas atmosphere mind, it be characterize by grind in particle diameter of 100 micrometers or less. Furthermore, the junction approach of an AlN sintered compact adds an organic solvent to said cement for AlN sintered compacts, makes it the shape of a paste, and applies this to the joint of an AlN sintered compact, or fabricates this in the shape of a sheet,

THIS PAGE BLANK (USPTO)

infixes it between the joints of an AlN sintered compact, and is characterized by heat-treating at the temperature which exceeds 1850 degrees C in nitrogen-gas-atmosphere mind.

[0005] Y₂O₃ which becomes YAG (Y₃ aluminum 5O₁₂) powder or a YAG presentation in the cement for AlN sintered compacts aluminum 2O₃ That AlN powder is under 30 weight sections to the mixed powder 100 weight section The rate of a volumetric shrinkage by sintering exceeds 10%, a clearance is generated in a joint and dimension control (thick dimension control of the cement section after sintering) of an AlN sintered compact zygote becomes difficult. On the other hand, if the 150 weight sections are exceeded, the porosity of the cement section after sintering exceeds 5%, an open pore is produced, airtightness will be inferior and bonding strength will not become sufficient thing, either. The more desirable addition of AlN powder is Y₂O₃ used as YAG powder or a YAG presentation. aluminum 2O₃ It is the 80 - 100 weight section to the mixed powder 100 weight section. Moreover, Y₂O₃ used as YAG powder or a YAG presentation aluminum 2O₃ It is important sequential mixing and temporary quenching, and to grind mixed powder and AlN powder, and when controlling the amount of sintering contraction of cement especially, temporary quenching treatment is indispensable. Furthermore, if the particle diameter of a particulate matter exceeds 100 micrometers, while the airtightness of the cement section will fall and bonding strength will also fall, the spreading nature worsens. More desirable particle diameter is 10 micrometers or less. In addition, according to the above-mentioned cement for AlN sintered compacts, it becomes 10% or less of rates of a volumetric shrinkage at the time of sintering, 5% or less of porosity of this cement section after sintering, and 50 or more MPas of bonding strength. Y₂O₃ which becomes YAG powder or a YAG presentation on the other hand aluminum 2O₃ As for the particle diameter of mixed powder, it is desirable that it is 50 micrometers or less in mean particle diameter. Slurry preparation will become difficult if mean particle diameter exceeds 50 micrometers. More desirable mean particle diameter is 1 micrometer. Moreover, as for the particle diameter of AlN powder, it is desirable that it is 10 micrometers or less in mean particle diameter. If mean particle diameter exceeds 10 micrometers, slurry preparation will become difficult similarly. More desirable mean particle diameter is 1 micrometer.

[0006] In manufacture of the cement for AlN sintered compacts, if the rate of a volumetric shrinkage exceeds 10% as temporary-quenching temperature is less than 1500 degrees C, and it exceeds 1850 degrees C, since it will become equivalent to the heat treatment temperature at the time of junction and thermal diffusion will not arise substantially at the time of junction, bonding strength is set to less than 50 MPas, and real use cannot be borne. Desirable temporary-quenching temperature is 1800-1850 degrees C.

[0007] In junction of the AlN sintered compact using the cement for AlN sintered compacts, butyl carbitol, thermoplastic cellulose ether, dibutyl phthalate, etc. are used as an organic solvent added to cement. Moreover, about junction heat treatment conditions, since it is lower than base material sintering temperature, matter diffusion at the time of junction cannot be performed as heat treatment temperature is 1850 degrees C or less, but bonding strength is set to less than 50 MPas.

[0008]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the gestalt of operation of this invention is explained with reference to a concrete example and the example of a comparison.

examples 1-4 and the examples 1-8 of a comparison -- first -- YAG powder (the product made from high grade chemistry, and an ulmin acid yttrium --) Mixed powder mixed to the mean-particle-diameter of 50 micrometers 100 weight section by AlN powder (the Mitsui Toatsu Chemicals make, name-of-article MAN-2, mean particle diameter of 1 micrometer), or the weight ratio of a YAG presentation of Y₂O₃ and aluminum 2O₃ (alumina) (in Table 1, it is described as YO+AO.) While adding at a rate shown in Table 1, respectively and mixing using a mixer (AlN ball 250g use with a 4l. chestnut resin pot and a diameter of 5mm) The solvent (the 1st class of methanol) was added to this (450 cc adds to 500g of AlN raw materials), it mixed over 15 hours on the rotation base of 130rpm, and the slurry was prepared. Next, after corning each slurry using a dryer (evaporator (heating under reduced pressure dryer)), it sifted out and granulation powder with a particle size of 100 micrometers or less was obtained. Subsequently, each granulation powder (except for the examples 1, 4, and 8 of a comparison) was held

THIS PAGE BLANK (USPTO)

in the sagger with a lid made from AlN, and temporary quenching was carried out into the nitrogen-gas-atmosphere mind of atmospheric pressure, respectively. The maximum temperature at the time of temporary quenching is under a virtual junction temperature mentioned later, and the heating conditions in case virtual junction temperature is 1900 degrees C are as follows.

After pulverizing room temperature - 1100 degree-C:550 degree-C/h 1100-1500 degree-C:400 degree-C/h 1500-1850 degree-C:200 degree-C/h 1850 degree-Cx3h 1850-1500 degree-C:100 degree-C/h, next each temporary-quenching object using a crusher (the mortar made from AlN, pestle made from AlN), it sifted out and the cement of a particulate matter with a particle size of 50 micrometers or less was obtained.

[0009]

[Table 1]

	YAG 100重量部 に対する添加剤 (重量部)	仮焼温度 (°C)	接合温度 (°C)
比較例 1	なし	仮焼なし	1900
比較例 2	AlN 180	1850	1900
実施例 1	AlN 150	1850	1900
実施例 2	AlN 100	1850	1900
実施例 3	AlN 150	1850	1900
実施例 4	AlN 80	1850	1900
比較例 3	AlN 25	1850	1900
比較例 4	AlN 100	仮焼なし	1900
比較例 5	AlN 100	1600	1900
比較例 6	AlN 100	1850	1900
比較例 7	AlN 100	1900	1900
比較例 8	YO+AO	仮焼なし	1900

[0010] The organic solvent (solvent 1:butyl carbitol, solvent 2:thermoplasticity cellulose ether, a solvent 3: dibutyl phthalate) was added to each above-mentioned cement (solvent 1:45.5cc, solvent 2:4.5cc, and solvent 3:4.0cc are added to 100g of cement), and it considered as the shape of a paste using the mixer (the mortar made from AlN, pestle made from AlN). Next, after applying the cement of the shape of each paste to the AlN sintered compact plate as a transconjugant with the screen printer (the thickness of cement is set up by the count of printing) and piling up two AlN sintered compact plates, each layered product was heated in the nitrogen-gas-atmosphere mind of atmospheric pressure (whenever [rising-and-falling-temperature] 100 degrees C [h] /, maximum-temperature 600degree-Cx 1h), and it degreased. Subsequently, it heat-treated in the same ambient atmosphere as cleaning processing, cement was calcinated, and each layered product was joined. The heating conditions of heat treatment are as follows.

A rate of a volumetric shrinkage, porosity, bonding strength, etc. of a joint of each layered product after room temperature - 1100 degrees C : 550 degrees C/h 1100-1500 degrees C : 400 degrees C/h 1500-1900 degrees C : 200 degree-C[h] 1900 degree-Cx3h 1900-1500 degrees C : 100-degree-C [h] heat treatment came to be shown in Table 2.

[0011]

[Table 2]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

	体積収縮率 (%)	気孔率 (%)	接合強度 (MPa)	備 考
比較例 1	9 5	0	2 5 0	変形大
比較例 2	2 0	1 0	1 0 0	気密性低い
実施例 1	5	1	1 5 0	使用可
実施例 2	5	0	1 7 0	使用可
実施例 3	5	0	2 0 0	使用可
実施例 4	5	0	2 0 0	使用可
比較例 3	5 0	1 0	2 2 0	気密性低い、変形大
比較例 4	5 0	5 0	1 0 0	気密性低い、変形大
比較例 5	4 0	4 0	5 0	気密性低い、変形大
比較例 6	0	3 0	0	接合しない
比較例 7	0	3 0	0	接合しない
比較例 8	8 0	5 0	0	接合しない

備 考

収縮率：ペーストによる成形体を作成し、接合温度での線収縮を測定。

気孔率：上記焼結体の気孔率を測定。

強 度：J I S 曲げ試片を作成し、4 点曲げ試験により強度を測定。

[0012] Since AlN30 - 150 weight ***** powder are set to 10% or less of rates of a volumetric shrinkage at the time of sintering, 5% or less of porosity, and bonding strength 100-200MPa from Table 1 and Table 2 to the YAG100 weight section mixing and temporary quenching, and by grinding and considering as a particulate matter with a particle diameter of 100 micrometers or less, it turns out that AlN sintered compacts are joinable good.

[0013] In addition, in the gestalt of operation mentioned above, although the case where paste-like cement was applied to a joint was explained on the occasion of junction of AlN sintered compacts, it is not limited to this, and paste-like cement is fabricated in the shape of a sheet, for example, you may make it infix this between the joints of an AlN sintered compact, and the same operation effectiveness is acquired.

[0014]

[Effect of the Invention] The airtightness of a joint and bonding strength can be raised sharply, without producing a clearance in the joint of an AlN sintered compact according to the cement for AlN sintered compacts of this invention, its manufacture approach, and the junction approach of the AlN sintered compact using it, since the volumetric shrinkage of the cement is carried out beforehand as explained above.

[Translation done.]

THIS PAGE BLANK (USPTO)